

# **الكيمياء التحليلية**

**العملي**

لطلبة الصفوف الأولى

**كلية الزراعة والغابات**

**جامعة الموصل**

**إعداد**

**فرع العلوم الأساسية**

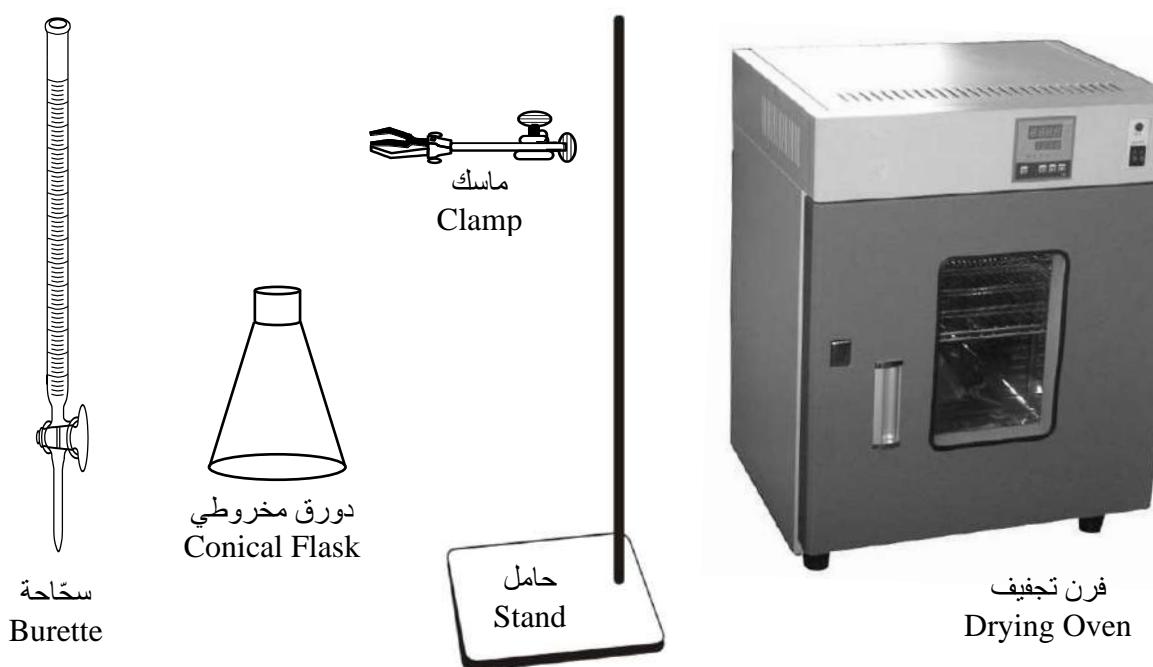
٢٠٢٤-٢٠٢٥

**الكيمياء التحليلية العملي  
المعاصرة الأولى**

## تعليمات عامة حول العمل في المختبر

١. إرتداء الصدرية قبل البدء بالعمل للوقاية من سقوط المواد الخطرة على جلدك وملابسك.
  ٢. العناية التامة بنظافة الأيدي ونظافة الأدوات قبل وبعد الاستعمال بالماء ومساحيق التنظيف ثم بالماء المقطر وتجفيفها إن أمكن.
  ٣. إذا تطلب الأمر تنظيف الأدوات المستعملة بمزيج التنظيف الذي يحضر من إذابة ١٠ غرام من ثاني كرومات البوتاسيوم  $K_2Cr_2O_7$  ثم إضافة ١٠٠ ملتر من حامض الكبريتيك المركز ببطء مع التحريك والت BXHIN ثم يبرد محلول.
  ٤. تخفيض الحوامض والقواعد المركزية أو مزيج التنظيف بالماء قبل تصريفها في المجاري لتجنب تلفها أو انسدادها.
  ٥. تنظم الأدوات المستعملة على المنضدة بشكل مرتب ويجب التأكد من إعادة قناني المواد الكيميائية إلى موضعها مغطاة بعطاياها الأصلية بعد أخذ محلول منها.
  ٦. لا يجوز تسخين أية منظومة وهي مغلقة تماماً.
  ٧. لاتحاول تذوق أو استنشاق أي مادة في المختبر.
  ٨. تأكيد من اسم المادة الكيميائية على الفنية قبل استخدامها.
  ٩. عند سقوط مادة كيميائية على الجسم أو الملابس أغسل المنطقة بكمية كبيرة من الماء ثم أستشير المدرس إذا أحدثت المادة ضررا في الجسم أو الملابس لمعالجتها بطريقة أخرى.
  ١٠. يجب استخدام مفرغة الغازات والأخرة (Fume Hood) في الأحوال الآتية:
    - استعمال محلول ( $H_2S$ ).
    - تبخير المحاليل أو الحوامض المركزية أو محلول الأمونيا.
    - استعمال المحاليل التي تبعث غازات سامة أو كريهة الرائحة عند التعاملات.
  ١١. التأكيد من تنظيف جميع الأدوات المستعملة وغسل اليدين بعد الانتهاء من العمل.
  ١٢. لا تعمل بمفردك في المختبر
١٣. كتابة التقرير مع مراعاة الآتي:
- الإهتمام بكتابة التقرير لكل تجربة ويجب أن يشتمل على المحتويات الأساسية للتقرير.
  - تسجيل النتائج واللاحظات في حينها لأجل الاستفادة منها في الحسابات والمناقشة، بالإضافة إلى الاستفادة من أسئلة المناقشة في نهاية كل تجربة وعدم الاقتصار عليها.
  - لا تكون المناقشة على شكل سؤال وجواب، ولا تكون بصيغة نعم أو كلاً.
  - يسلم التقرير إلى مدرس المادة في المختبر التالي.

## أهم الأجهزة والزجاجيات المستخدمة في مختبر الكيمياء التحليلية



## الكيمياء التحليلية

يمكن تعريف الكيمياء التحليلية بأنها الوسيلة الكيميائية التي يتم بها الكشف عن العناصر وكذلك طرق فحصها ومعرفة مكونات تلك المواد في الخليط منها وأيضاً تقدير هذه المكونات تقديرًا كميًا وعلى هذا الأساس يقسم التحليل إلى قسمين:

١) التحليل النوعي Qualitative Analysis

٢) التحليل الكمي Quantitative Analysis

**التحليل النوعي:** يمكننا معرفة الفلزات التي تحمل الشحنة الموجبة والجذور الحامضية التي تحمل الشحنة السالبة الموجودة في المادة المراد تحليلها (يعني بهذا نوعيتها وليس كميتها) من خلال تفاعಲها مع بعض الحوامض والكاواش夫 للحصول على رواسب أو ألوان خاصة بعنصر أو مجموعة من العناصر.

**التحليل الكمي:** يمكننا معرفة النسبة المئوية والتركيز للمكونات المختلفة لنموذج معين ومعرفة التركيب الجزيئي للمادة ويمكن تقسيم التحليل الكمي إلى:

أ) التحليل الحجمي Volumetric Analysis

ب) التحليل الوزني Gravimetric Analysis

ج) التحليل الآلي Instrumental Analysis

**التحليل الحجمي:** ويجري بواسطة حساب حجم محلول قياسي معلوم التركيز بصورة مضبوطة والذي يتفاعل كميًا مع محلول المجهول المراد حساب تركيزه وباستخدام الدلائل.

**بعض المفردات المستخدمة في التحليل الحجمي:**

**التسخين (Titration):**

هو عملية إضافة محلول قياسي (Standard Solution) من الساحة إلى المادة المراد تحليلها وحساب حجم محلول القياسي اللازم للتفاعل بصورة كاملة مع المادة المجهولة وباستخدام كواشف عضوية ملونة.

**نقطة التكافؤ (Equivalence Point):**

هي عملية تكافؤ تركيز مolarية للمادة القياسية الأولية مع المجهولة

**نقطة النهاية (End Point):**

هي تلك النقطة التي يتم عندها تفاعل كميات متساوية من محلول القياسي مع المادة المجهولة وهذه النقطة يمكن تحسسها باستعمال الدليل (Indicator) الذي يعني تغيراً في لونه عند هذه النقطة.

**الدلائل (Indicators):**

هي عبارة عن حوامض أو قواعد عضوية ضعيفة التأين يتغير لونها أو تحدث تعكيراً أو تعطي وميضاً عند  $\text{pH}$  معينة وتستخدم لمعرفة نقطة النهاية أثناء عملية التسخين.

**جدول يبين أهم الدلائل المستخدمة في التحليل الحجمي:**

الاسم التجاري	نوع المذيب	التركيز %	صبغة الدليل	الصبغة الحامضية	الصبغة القاعدية	مدى الاستعمال pH
فينولفثالين	60% كحول	0.1	حامضي	عديم اللون	أحمر	10 - 8.0
المثيل الأحمر	كحول	0.1	قاعدي	أحمر	أصفر	6.0 - 4.1
المثيل البرتقالي	الماء	0.1	قاعدي	أحمر	أصفر	4.4 - 3.1

وهناك قواعد معينة لاستعمال الدلائل في تسريحات التعادل:

١. تسريح قاعدة قوية مع حامض قوي مثل هيدروكسيد الصوديوم مع حامض الهيدروكلوريك نستعمل دليل الفينولفثالين ph.ph .
٢. تسريح قاعدة قوية مع حامض ضعيف مثل هيدروكسيد الصوديوم مع حامض الخليك نستعمل دليل الفينول فثالين ph.ph أيضا.
٣. تسريح قاعدة ضعيفة مع حامض قوي مثل هيدروكسيد الأمونيوم مع حامض الهيدروكلوريك نستعمل دليل المثيل البرتقالي M.O أو المثيل الأحمر R .
٤. تسريح قاعدة ضعيفة مع حامض ضعيف مثل هيدروكسيد الأمونيوم مع حامض الخليك نستعمل دليل الفينول فثالين ph.ph .

## المحاضرة الثانية

### المحاليل القياسية Standard Solutions

**المحلول القياسي:** هو محلول الذي يحتوي حجم معين منه على وزن معروف من المادة المذابة.  
والمحاليل القياسية على أنواع منها:

#### المحلول القياسي الأولي Primary Standard Solution

يحضر بواسطة الوزن المباشر والمضبوط للمادة المذابة مثل كاربونات الصوديوم  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ونترات الفضة  $\text{AgNO}_3$ .  
شروط المادة القياسية الأولية:

- ١) تكون المادة نقاء أكثر من 99% وموزونة إلى أربع مراتب عشرية.
- ٢) مستقرة ولا تتأثر بالظروف الجوية.
- ٣) جافة.
- ٤) سهل الحصول عليها ورخيصة الثمن

#### المحلول القياسي الثاني Secondary Standard Solution

يحضر بالوزن التقريبي للمذاب في حجم من المذيب ثم يسخن مقابل محلول قياسي أولي لإيجاد عياريته المضبوطة ويطلق على هذه العملية ضبط العيارية Standardization.

**ملاحظه:** لا تعتبر الحامض المركزة مثل  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$  مواد قياسية أولية وذلك لأنها تتبخّر في التراكيز العالية، وكذلك القواعد بشكلها الصلب مثل  $\text{NaOH}$  و  $\text{KOH}$  لأنها متميعة ولا يمكن الحصول عليها بدرجة عالية من النقاوة.

**أنواع التفاعلات التي تتم في التحليل الحجمي والتي سنأخذ أمثلة عليها في هذا الفصل الدراسي:**

- |                               |                              |
|-------------------------------|------------------------------|
| Neutralization Reaction       | ١. تفاعلات التعادل           |
| Oxidation-Reduction Reactions | ٢. تفاعلات الأكسدة والاختزال |
| Precipitation Reactions       | ٣. تفاعلات الترسيب           |
| Complex-Formation Reactions   | ٤. تفاعلات تكوين المعقّدات   |

**القوانين المستخدمة في التحليل الحجمي:**

١) المolarية ( $M$ ): عدد مولات (أوزان جزيئية غرامية) من المذاب في لتر واحد من محلول.

$$\frac{\text{الوزن (غم)} \times 1000}{\text{الوزن الجزيئي} \times \text{حجم محلول (مل)}} = \text{المolarية (M)}$$

٢) العيارية (N): عدد مكافئات (أوزان مكافئة غرامية) من المذاب في لتر واحد من محلول.

$$\text{العيارية (N)} = \frac{\text{الوزن (غم)} \times 1000}{\text{الوزن المكافيء} \times \text{حجم محلول (مل)}}$$

$$\text{الوزن المكافيء} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد المكافئات (n)}}$$

- عدد المكافئات للحامض = عدد البروتونات القابلة للتخلل او الاستبدال.
- عدد المكافئات للقاعدة = عدد أيونات الهيدروكسيل القابلة للتخلل او الاستبدال.
- عدد المكافئات للمواد القابلة للتأكسد او الاختزال = عدد الالكترونات المفقودة او المكتسبة.
- عدد المكافئات للملح = عدد ايونات الفلز  $\times$  تكافؤ الفلز (عدد تأكسده).

٣) المolarية للحوامض المركزة في قنينة:

$$\text{المolarية للحوامض المركزة} = \frac{\text{الثافة (أو الوزن النوعي)} \times \text{النسبة المئوية} \times 10}{\text{الوزن الجزيئي}}$$

٤) العيارية للحوامض المركزة في قنينة:

$$\text{العيارية للحوامض المركزة} = \frac{\text{الثافة (أو الوزن النوعي)} \times \text{النسبة المئوية} \times 10}{\text{الوزن المكافيء}}$$

٥) نسبة الوزن إلى الحجم (W/V) : وزن مادة مذابة إلى حجم معين من محلول، فاما بدلالة (ppm) أي جزء لكل مليون أو بدلالة (ppb) أي جزء لكل مiliar.

$$\text{ppm} = \frac{\text{wt. of Solute (gm)}}{\text{vol. of Solution (ml)}} \times 10^6$$

مثلاً:  $1\text{ppm} = 1\mu\text{g / ml}$  أو  $1\text{ppm} = 1\text{mg / L}$

٦) النسبة الوزنية (%W/W): وزن مذاب إلى ١٠٠ غم من مذيب.

$$W/W \% = \frac{\text{wt. of Solute (gm)}}{\text{wt. of Solution (ml)}} \times 100$$

٧) النسبة الحجوية (%V/V): حجم سائل المذاب إلى ١٠٠ مل من المذيب.

$$V/V \% = \frac{\text{vol. of Solute (ml)}}{\text{vol. of Solution (ml)}} \times 100$$

٨) الدالة الحامضية (pH): سالب لوغاریتم تركيز الهیدروجين وبدلالة مول / لتر.

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

٩) قانون التخفيف أو التعادل:

$$\mathbf{N}_1 \times \mathbf{V}_1 = \mathbf{N}_2 \times \mathbf{V}_2$$

## الحاضرة الثالثة

### تسريحات التعادل Neutralization Titration

يعتمد هذا النوع من التسريحات على الدالة الحامضية حيث يحدث أثناء التسريح تغييراً في نقطة تعادل محلول بالإعتماد على طبيعة وتركيز محلول التسريح وباستعمال دليل مناسب، فإذا العامل المصحح يكون حامض قياسي ضد قاعدة مجهولة أو العكس، وحسب نظرية أرينيوس:

فإن الحامض: هو تلك المادة التي تتآثر بالماء لتعطي أيون الهيدروجين.

وأما القاعدة: فإنها تلك المادة التي تتآثر بالماء لتعطي أيون الهيدروكسيل.

#### تجربة (١) تحضير حامض قياسي

##### أساس التجربة:

إن حامضي الهيدروكلوريك والكبريتيك هما المستخدمان على نطاق واسع لتحضير محلائل قياسية للحامض. كلا الحامضين متوفران تجاريًا بيئة محليل مركزة، فحامض الهيدروكلوريك المركز تركيزه حوالي (١٢) مولاري، بينما حامض الكبريتيك المركز (١٨) مولاري ويعتبر حامض الهيدروكلوريك المفضل في الاستعمال وذلك لأن معظم الكلوريدات ذاتية في الماء لكن هذا الحامض لا يعتبر مادة قياسية أولية لكونه مادة متطرفة. لذلك عند الاستعمال في التحليل يلجأ إلى معايرته مع مادة قاعدية قياسية أولية لتحويله إلى مادة قياسية أولية.

##### طريقة العمل:

###### أولاً: تحضير محلول تقريري (0.1N) من حامض الهيدروكلوريك HCl

باستعمال أسطوانة درجة أو ساحة اسحب حوالي (٤٠.٩) ملتر من حامض الهيدروكلوريك المركز Con. HCl والذي (كتافته ١٠.١٢ غم / مل والنسبة المئوية ٣٢٪) وانقله إلى قنينة حجميه سعة (٥٠٠) ملتر تحتوي على كمية من الماء المقطر ثم أكمل الحجم إلى العلامة باستعمال الماء المقطر، رج محلول الناتج بصورة جيدة.

###### ثانياً: تحضير محلول (0.1N) من كاربونات الصوديوم $\text{Na}_2\text{CO}_3$

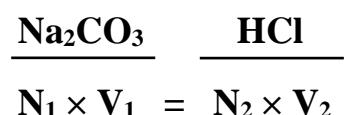
إن المادة القياسية الأولية المستخدمة لمعايرة حامض الهيدروكلوريك هي كاربونات الصوديوم  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  المجففة عند درجة ١٤٠ م والتي تكون بدرجة نقافة أعلى من ٩٩.٩٪ :

(١) نزن ٥.٥٣ غرام من كاربونات الصوديوم وزن دقيق بواسطة (ميزان حساس) ثم إذابتها في كمية مناسبة من الماء المقطر في بيكر.

٢) ينقل محلول إلى قنينة حجميه سعتها (100) ملتر ثم أكمل الحجم إلى حد العلامه بالماء المقطر وبذلك نحصل على محلول ملحي بعياريه (0.1N).

**ثالثاً: معايرة حامض الهيدروكلوريك:**

- ١) إملا السحاحة بمحلول كاربونات الصوديوم N.0.1.
- ٢) إسحب بواسطة ماصة (10) ملتر من محلول حامض الهيدروكلوريك المحضر ثم وضعه في دورق مخروطي سعة (250) ملتر.
- ٣) أضف بضع قطرات من دليل المثيل البرتقالى (M.O) تلاحظ تلون محلول باللون الأحمر.
- ٤) سح مع محلول كاربونات الصوديوم إلى أن يصبح لون محلول أصفر ثابت. ثم احسب حجم محلول المستهلك من السحاحة.
- ٥) أعد عملية التسحيف مرتين أو ثلاثة مرات، واحسب معدل الحجم من السحاحة.
- ٦) جد العيارية المضبوطة لحامض الهيدروكلوريك باستعمال العلاقة الآتية:



$N_1$  = العيارية المضبوطة لكاربونات الصوديوم.

$V_1$  = معدل الحجم لكاربونات الصوديوم المستهلك من السحاحة.

$N_2$  = عيارية حامض الهيدروكلوريك المضبوطة (مجهولة).

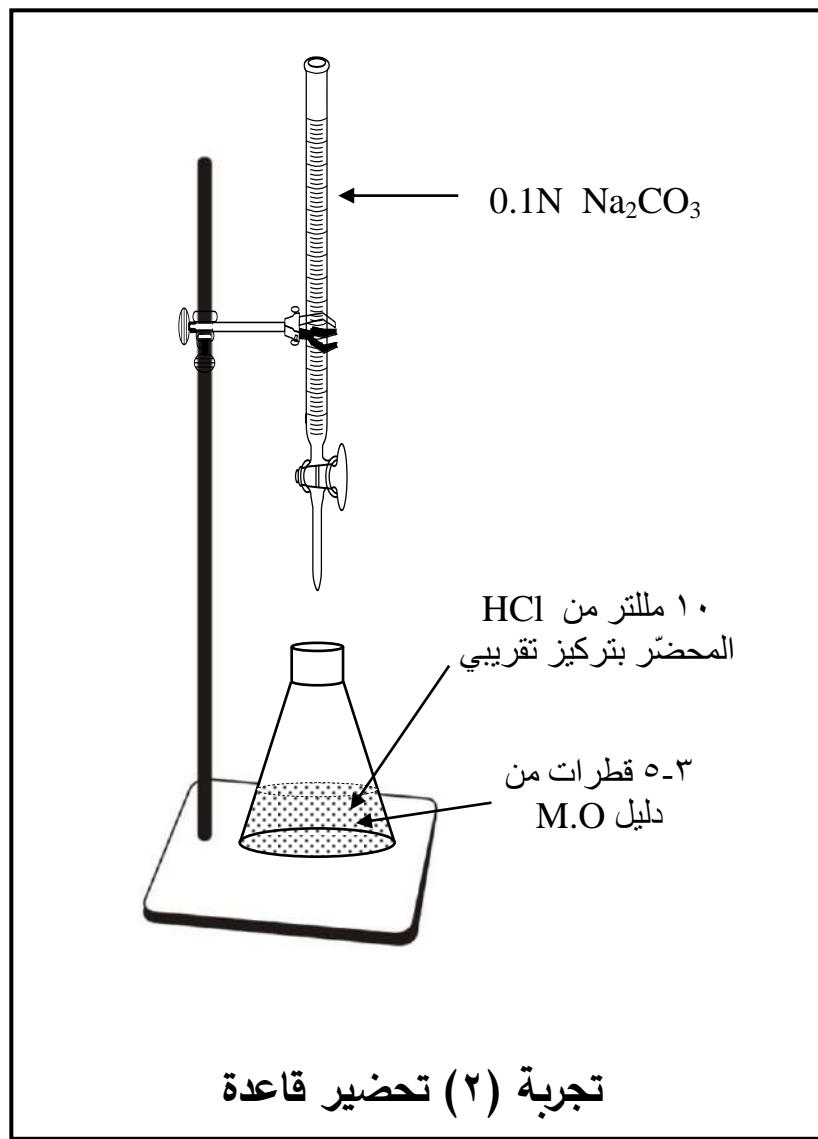
$V_2$  = حجم حامض الهيدروكلوريك الموضوع في الدورق.

- ٧) ثم أحسب التركيز أولاً بدالة غم/ لتر ومن ثم بدالة ملغم/ لتر (أي ppm) وحسب القوانين الآتية: (التركيز الذي أوجنته أعلاه هو بدالة مول/ لتر)

- التركيز غم/ لتر = العيارية × و.م لأن (المول = الوزن / الوزن المكافئ)

- التركيز ملغم/ لتر = العيارية × و.م × 1000

- (و. م = الوزن المكافئ لحامض HCl وقيمه ٣٦.٥)



أسئلة للمناقشة:

- لماذا استخدمنا دليل M.O. دون غيره في هذه التجربة.
- هل وسط محلول حامضي أم قاعدي عند نقطة نهاية التسحيف لهذه التجربة؟
- هل من الممكن استبدال  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  بـ  $\text{NaOH}$  في معايرة حامض HCl ؟

## الحاضرة الرابعة

### تجربة (٢) تحضير قاعدة قياسية

**أساس التجربة:**

تستخدم هيدروكسيدات الصوديوم، البوتاسيوم، الباريوم بصورة عامة لتحضير محليل قياسية للقواعد وتكون هذه الهيدروكسيدات ذائبة في الماء. إن هيدروكسيد الصوديوم هي أكثر القواعد استعمالاً وذلك لرخص ثمنها، إلا أنها لا تعتبر مادة قياسية أولية وذلك لأنها لا يمكن الحصول عليها بدرجة عالية من النقاوة إضافة إلى كونها مادة متミعة جداً وتحتوي على الماء والكاربونات.

**طريقة العمل:**

**أولاً:** تحضير محلول تقريري ( $0.1N$ ) هيدروكسيد الصوديوم

١) نزن بصورة تقريرية (٠.٤) غ من مادة هيدروكسيد الصوديوم الصلبة.

٢) أذب هذا الوزن في الماء المقطر وخفف الحجم إلى (١٠٠) مل في قنينة حجميه ثم رج محلول.

**ثانياً:** معايرة محلول هيدروكسيد الصوديوم

١) إملأ الساحة بمحلول ( $0.1N$ ) من حامض الهيدروكلوريك القياسي.

٢) أسحب بواسطة ماصة (١٠) مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم المحضر وضعه في دورق مخروطي.

٣) أضف (٣) قطرات من دليل الفينولفاتلين (ph.ph) لأن لدينا حامض قوي مع قاعدة قوية حيث تلاحظ تلون محلول باللون البنفسجي.

٤) سح مع محلول حامض الهيدروكلوريك إلى أن يصبح محلول عديم اللون.

٥) أعد عملية التسحيف مرتين أو ثلاثة مرات.

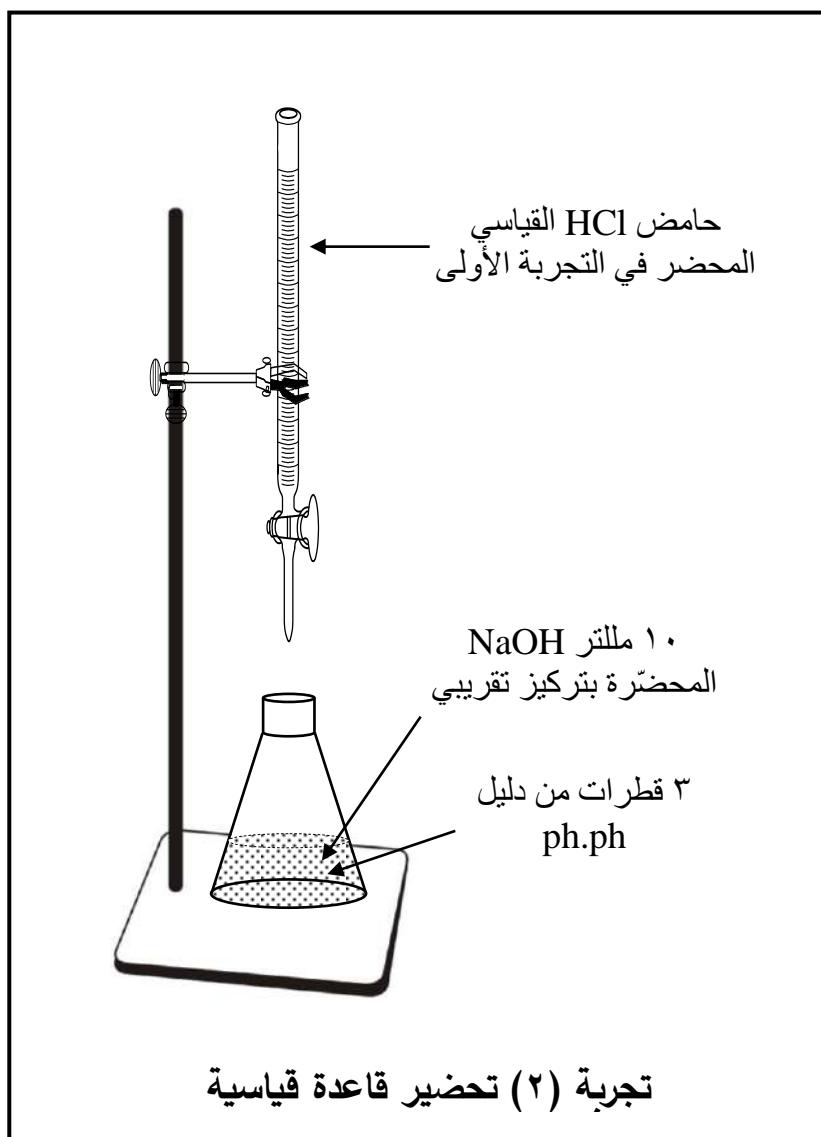
٦) جد عيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم باستعمال العلاقة الآتية:

$$\frac{\text{HCl}}{\text{NaOH}} = \frac{\mathbf{N_1} \times \mathbf{V_1}}{\mathbf{N_2} \times \mathbf{V_2}}$$

٧) ثم أحسب التركيز أولاً بدلالة غم/لتر ومن ثم بدلالة ملغم/لتر (أي ppm) وحسب القوانين الآتية: (التركيز الذي أوجنته أعلاه هو بدلالة مول/لتر)

• التركيز غم/لتر = العيارية  $\times$  و.م لأن (المول = الوزن / الوزن المكافئ)

- التركيز ملغم / لتر = العيارية  $\times$  و.م  $\times$  1000  
 $(\text{و.م} = \text{الوزن المكافئ للقاعدة NaOH وقيمتها } 40)$



#### أسئلة للمناقشة:

- لماذا استخدمنا دليل ph.ph. في هذه التجربة ولم نستخدم M.O. ؟
- هل يعتبر دليل ph.ph أحادي أم ثنائي اللون؟

## الحاضرة الخامسة

### تجربة (٣) تقدير هيدروكسيد وكarbonات الصوديوم في المزيج

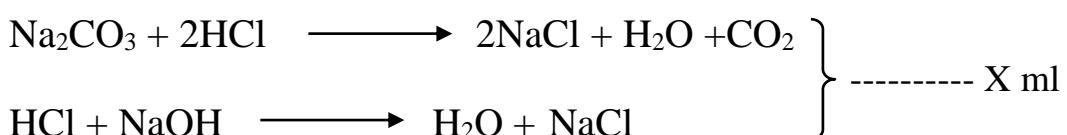
هناك ثلاثة طرق لتقدير الكاربونات والهيدروكسيل  $\text{CO}_3^{2-}$  و  $\text{OH}^-$  في المزيج:

١. تسخين محلولين كلا على إنفراد باستخدام دليلين مختلفين.
٢. تسخين محلول واحد باستخدام دليلين مختلفين بالتعاقب.
٣. تسخين محلولين كلا على إنفراد بوجود كلوريد الباريوم وبعده.

**الطريقة الأولى: تسخين محلولين كلا على أنفراد باستخدام دليلين مختلفين**  
أساس التجربة:

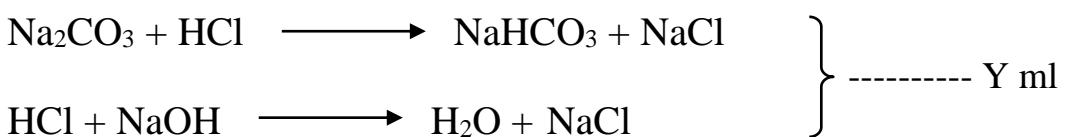
تعتبر هذه التجربة من التجارب المهمة لتسريحات التعادل ولدينا مادتين قاعدية واحدة قوية والأخرى ضعيفة، والحامض القوي يتفاعل مع القاعدة القوية أولاً ثم مع القاعدة الضعيفة ثانياً فلتعين مكونات مثل هذا المزيج تحتاج إلى تسريحين مع حامض قياسي. التسخين الأول يستعمل دليل المثيل البرتقالي ضمن دالة حامضية ٤-٣.١ وفي هذه الحالة يكون حجم الحامض المستخدم مكافئاً لجميع الهيدروكسيد زائداً جميع الكاربونات، أما التسخين الثاني فيستعمل دليل الفينولفاتلين ضمن دالة ٨-١٠ وحجم الحامض المستخدم مكافئاً لجميع الهيدروكسيد زائد نصف الكاربونات وحسب المعادلات الآتية:

(١) دليل المثيل البرتقالي:



حيث أنه لحظة تغير اللون هنا الحامض يكافئ كل الكاربونات وكل الهيدروكسيل.

(٢) دليل الفينولفاتلين



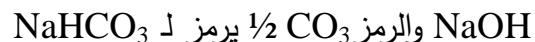
وهنا الحامض يكافئ نصف الكاربونات وكل الهيدروكسيل مع لحظة تغير اللون.

وبحسب المعادلات السابقة فإنّ:

$$\text{CO}_3 = (\text{X} - \text{Y}) \times 2$$

$$\text{OH} = (\text{X} - \text{CO}_3)$$

حيث أن  $\text{CO}_3$  ترمز لكاربونات الصوديوم ( $\text{NaCO}_3$ ) و  $\text{OH}$  ترمز لهيدروكسيد الصوديوم



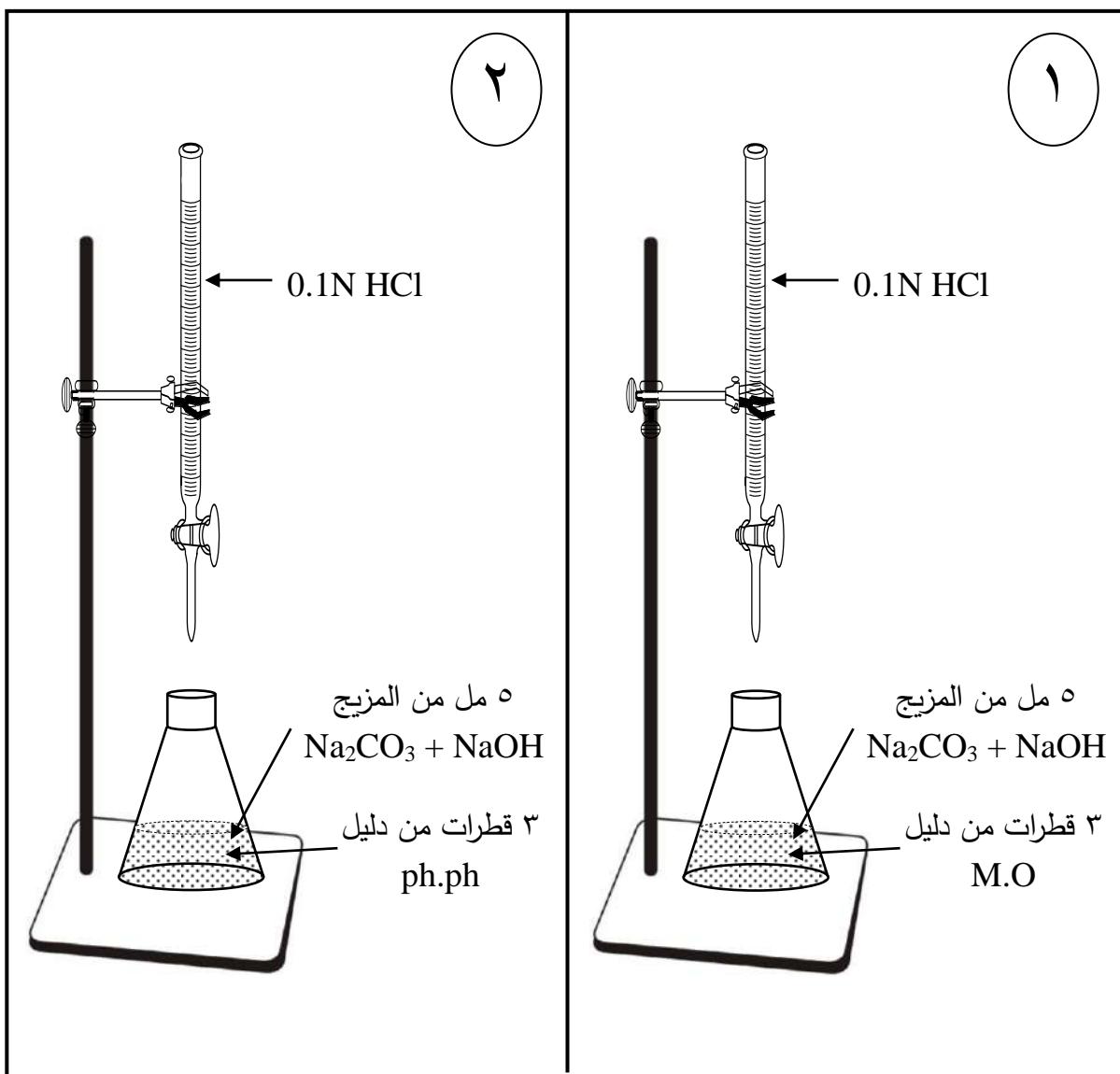
**طريقة العمل:**

- (١) إملأ الساحة بمحلول (0.1N) من حامض الهيدروكلوريك القياسي. اسحب بواسطة ماصة (5) مل من المزيج (المحتوى على كاربونات وهيدروكسيد الصوديوم).
- (٢) أضف ٣ قطرات من دليل المثيل البرتقالى (M.O) نلاحظ تلون محلول باللون الأصفر.
- (٣) سح المزيج مع محلول حامض الهيدروكلوريك إلى ان يتغير لون محلول إلى الأحمر.
- (٤) أعد عملية التسخين مرتين أو ثلاثة مرات، ثم احسب الحجم من الساحة.
- (٥) اسحب محلول جديد من المزيج (5) مل أخرى.
- (٦) أضف إليها (3) قطرات من دليل الفينولفاتلين (ph.ph) حيث نلاحظ تلون محلول باللون البنفسجي.
- (٧) سح المزيج مع محلول حامض الهيدروكلوريك إلى ان يصبح محلول عديم اللون.
- (٨) أعد عملية التسخين مرتين او ثلاثة مرات. ثم احسب الحجم من الساحة.
- (٩) جد عيارية كل من محلول كاربونات الصوديوم وهيدروكسيد الصوديوم باستخدام العلاقة الآتية:

$$\mathbf{N_1} \times \mathbf{V_1} = \mathbf{N_2} \times \mathbf{V_2}$$

حيث أن الوزن المكافئ لكاربونات الصوديوم يساوي (٥٣) وهيدروكسيد الصوديوم (٤٠)

- (١٠) ثم جد تركيز كل من محلول كاربونات الصوديوم وهيدروكسيد الصوديوم بدالة ppm.



### تجربة (٣) تقدير هيدروكسيد وكاربونات الصوديوم في المزيج (تسريح محلولين كلاً على انفراد باستخدام دليلين مختلفين)

أسئلة للمناقشة:

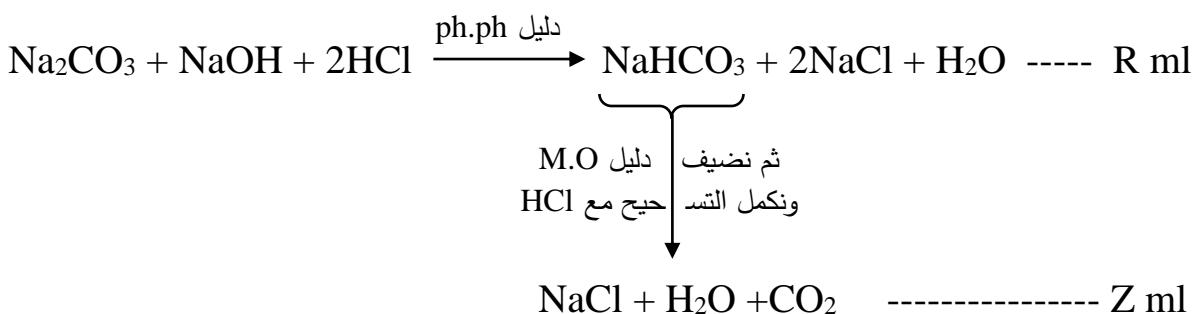
- على ماذا تعتمد عملية التسريح لتقدير مزيج من قاعدتين؟
- كم من المفترض أن يكون الفرق بين ثوابت التفكك للقواعدتين المراد تقديرهما في المزيج؟
- هل يمكن تقدير مزيج من قاعدتين قويتين مثل  $\text{NaOH}$  و  $\text{KOH}$  أو ضعيفتين مثل  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  و  $\text{NH}_4\text{OH}$  باستخدام محلول حامض قياسي؟
- هل من الممكن تقدير حامضين في مزيج (أحدهما قوي والآخر ضعيف) بالتسريح مع قاعدة قياسية؟

- لماذا يستخدم دليل M.O لتقدير كل الهيدروكسيل والكاربونات، في حين يستخدم دليل ph.ph لتقدير كل الهيدروكسيل ونصف الكاربونات؟

### الطريقة الثانية: تسخين محلول واحد باستخدام دليلين مختلفين بالتعاقب

#### أساس التجربة:

لتعين مكونات مثل هذا المزيج تحتاج لتسخين واحد ولكن باستعمال دليلين مختلفين. الخطوة الاولى من التسخين نستعمل دليل الفينولفاتلين في هذه الحالة يكون حجم الحامض المستخدم مكافئاً لجميع الهيدروكسيد ونصف الكاربونات. أما الخطوة الثانية من التسخين فنستعمل دليل المثيل البرتقالي (M.O) ثم نكمل التسخين وفي هذه الحالة يكون حجم الحامض المستخدم مكافئاً لنصف الكاربونات فقط. كما هو موضح بالمخطط الآتي:



حيث أن (R) حجم الحامض الذي يكافئ نصف الكاربونات وكل الهيدروكسيد، و (Z) حجم الحامض الذي يكافئ نصف الكاربونات فقط، عليه فإنّ:

$$2 \times \frac{1}{2} \text{CO}_3 = \text{CO}_3 = 2 Z$$

$$\text{OH} = (R - Z)$$

#### طريقة العمل:

- أملأ الساحة بمحلول (0.1N) من حامض الهيدروكلوريك القياسي.
- أسحب بواسطة الماصة (5) مل من المزيج ثم أضاف إليه (3) قطرات من دليل الفينولفاتلين.
- سخن المزيج مع محلول حامض الهيدروكلوريك لحين اختفاء اللون في هذه الحالة يكون حجم حامض الهيدروكلوريك مكافئاً لجميع الهيدروكسيد ونصف الكاربونات.
- أضاف لنفس محلول (3) قطرات من دليل المثيل البرتقالي ثم أكمل التسخين ضد الحامض لحين تغير اللون من الأصفر إلى الأحمر فيكون حجم الحامض المستخدم يكافئ نصف الكاربونات فقط.
- أعد عملية التسخين مرتين أو ثلاثة مرات.
- جد العيارية المضبوطة لكل من محلول كاربونات وهيدروكسيد الصوديوم باستخدام العلاقة الآتية:

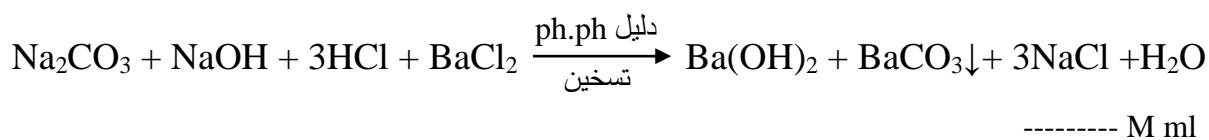
$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

٧) ثم جد تركيز كل من محلول كاربونات وهيدروكسيد الصوديوم بدلالة ppm

### الطريقة الثالثة: تسخين محلولين على انفراد مرةً بوجود $\text{BaCl}_2$ ومرةً بعده

**أساس التجربة:**

لتعيين مكونات مثل هذا المزيج نحتاج إلى تسخين كلا على انفراد. التسخين الأول فيستخدم دليل الفينولفثالين وبوجود كلوريد الباريوم حيث تترسب جميع الكاربونات على هيئة كاربونات الباريوم، وفي هذه الحالة يكون حجم الحامض المستخدم مكافئاً لجميع الهيدروكسيد فقط. أما التسخين الثاني فيستعمل دليل المثيل البرتقالي وبعدم وجود كلوريد الباريوم حيث يكون حجم الحامض المستخدم مكافئاً لجميع الهيدروكسيد وجميع الكاربونات. وكما هو موضح بالمعادلات الآتية:



هنا الحامض سوف يكافئ كل الهيدروكسيل لأن الكاربونات ترسبت بوجود أيونات الباريوم



وهنا الحامض سوف يكافئ كل الهيدروكسيل وكل الكاربونات.

عليه فإنّ:

$$\text{CO}_3 = (\text{N} - \text{M})$$

$$\text{OH} = \text{M}$$

### طريقة العمل:

- ١) أملأ الساحة بمحلول (0.1N) من حامض الهيدروكلوريك القياسي.
- ٢) أسحب بواسطة ماصة (5) ملتر من المزيج، ثم أضاف إليها (3) قطرات من دليل المثيل البرتقالي.
- ٣) سح المزيج مع حامض الهيدروكلوريك إلى أن يتغير لون محلول إلى الأحمر.
- ٤) أعد عملية التسخين مرتين أو ثلاثة مرات. ثم أحسب حجم الحامض (N) الذي يكافئ جميع الهيدروكسيد وجميع الكاربونات.
- ٥) خذ (5) ملتر أخرى من المزيج وأضاف إليها (10) ملتر من الماء المقطر، وسخن المزيج إلى درجة 70 مئوية.
- ٦) أضاف (10) ملتر من محلول (10%) كلوريد الباريوم حتى تترسب جميع الكاربونات ثم برد محلول إلى درجة حرارة المختبر.

٧) أضف (3) قطرات من دليل الفينولفاتلين ثم سحق مع حامض الهيدروكلوريك إلى أن يصبح محلول عديم اللون.

٨) أعد عملية التسحیح مرتین او ثلاثة مرات.

٩) جد العيارية لكل من كاربونات وهیدروکسید الصوديوم باستخدام العلاقة الآتية:

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

١٠) ثم جد تركيز كل من كاربونات وهیدروکسید الصوديوم بدلالة .ppm.

## المحاضرة السادسة

### تسريحات الأكسدة والاختزال

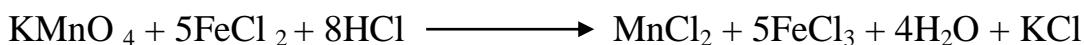
### Oxidation-Reduction Titration

في هذا النوع من التسريحات يحدث فقدان الألكترونات من قبل المواد التي تعاني أكسدةً. واكتساب الألكترونات من قبل المواد التي تعاني اختزالاً لذا يجب مراعاة حساب الوزن المكافئ تبعاً لعدد الألكترونات المفقودة والمكتسبة

#### تجربة (٤) تقدير الحديد الثنائي بواسطة برمكناط البوتاسيوم

**أسس التجربة:**

تعتبر مادة برمكناط البوتاسيوم عالماً مؤكسداً لاكسدة الحديد إلى الحديديك في الوسط الحامضي وحسب المعادلة الآتية:



وكذلك يعمل محلول برمكناط البوتاسيوم كدليل ذاتي لنقطة نهاية التسريح، إلا أنه يعتبر مادة قياسية ثانوية بسبب تكوين راسب  $\text{MnO}_2$  عند أذابتها في الماء المقطر لذلك عند الاستعمال في التحليل الكمي يجب معايرته أولاً مع مادة قياسية أولية.

**طريقة العمل:**

**أولاً: تحضير ومعايرة محلول برمكناط البوتاسيوم:**

- ١) نزن بصورة تقريبية (0.031) غرام من مادة برمكناط البوتاسيوم.
- ٢) ضع الوزن أعلاه في بيكر يحتوي على (80) ملتر ماء مقطر ثم سخن محلول إلى الغليان ثم دعه يغلي بهدوء لمدة (10) دقائق، ثم برد محلول إلى درجة حرارة المختبر.
- ٣) رشح محلول خلال الصوف الزجاجي الموجود داخل قمع، أكمل محلول إلى العلامة في قنينة حجمية سعة (100) ملتر، رج محلول جيداً.
- ٤) أملأ السحاحة بمحلول برمكناط البوتاسيوم المحضر.
- ٥) زن بصورة دقيقة حوالي (0.067) غرام من مادة أوكيزارات الصوديوم (مادة قياسية أولية وهي عامل مختزل). أذب هذه المادة بالماء المقطر وخفف محلول إلى (100) ملتر في قنينة حجمية، ثم رج محلول جيداً.

٦) ضع (10) ملتر من محلول الأوكزالات المحضر في دورق مخروطي، أضف (10) ملتر من محلول (2N) حامض الكبريتيك، أضف (1) ملتر من محلول برمونكناط البوتاسيوم الموجود في الساحة.

٧) سخن المزيج إلى درجة (60 C°)، أكمل التسحیح إلى أن يصبح لون محلول وردي خافت.

٨) أعد عملية التسحیح مرتين أو ثلاثة مرات. احسب حجم برمونكناط البوتاسيوم من ساحة.

٩) جد العيارية لبرمنكناط البوتاسيوم بأسعمال العلاقة الآتية:

$$\mathbf{N}_1 \times \mathbf{V}_1 = \mathbf{N}_2 \times \mathbf{V}_2$$

ثانياً: تقدير الحديد الثنائي:

١) إملاً الساحة بمحلول برمونكناط البوتاسيوم القياسي.

٢) إسحب بواسطة ماصة (5) ملتر من محلول أيون الحديدوز (المجهول) ثم ضعه في دورق مخروطي.

٣) أضف (2) ملتر من محلول (2N) حامض الكبريتيك.

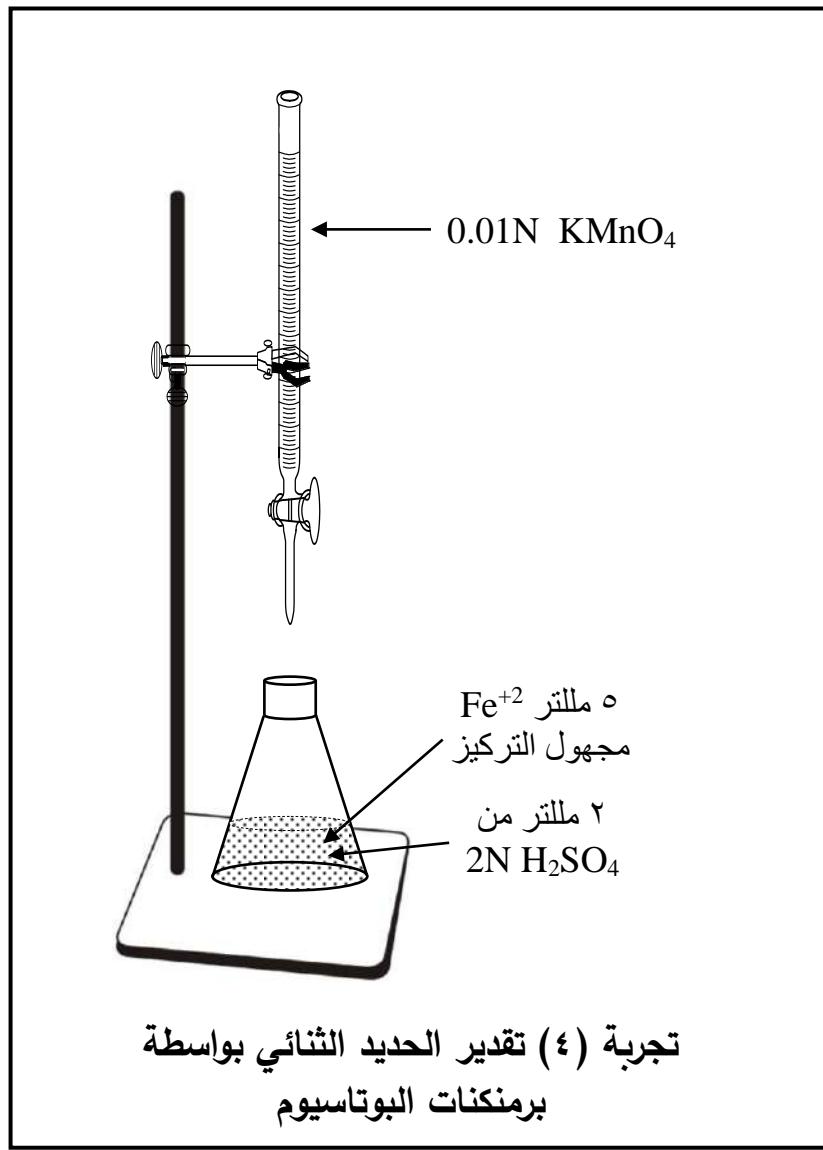
٤) سخن المزيج مع محلول برمونكناط البوتاسيوم القياسي إلى أن يصبح لون محلول وردي خافت.

٥) أعد عملية التسحیح مرتين أو ثلاثة مرات، ثم احسب حجم برمونكناط البوتاسيوم القياسي من الساحة.

٦) جد عيارية أيون الحديدوز في محلول باستخدام العلاقة الآتية:

$$\mathbf{N}_1 \times \mathbf{V}_1 = \mathbf{N}_2 \times \mathbf{V}_2$$

٧) جد تركيز أيون الحديدوز بال ppm.



**أسئلة للمناقشة:**

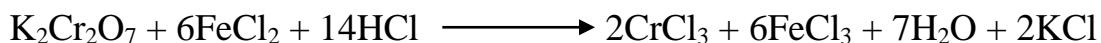
- ما تأثير الضوء على برمكبات البوتاسيوم عند الخزن مدة طويلة؟
- كم هو عدد الألكترونات المكتسبة لمادة  $KMnO_4$  وكيف يتم تحضير العيارية لها؟
- هل عملية التأكسد التي تجري في محلول منعزلة عن عملية الإختزال أم أن العمليتين تجريان معاً؟
- ما هي العناصر التي يمكن تقديرها بهذه الطريقة؟
- ما هي تطبيقات هذه الطريقة لتقدير الحديد أو غيره من المعادن في البيئة أو الخامات؟

## الحاضرة السابعة

### تجربة (٥) تقدير الحديد الثنائي بواسطة دايكرومات البوتاسيوم

**أساس التجربة:**

تُختزل دايكرومات البوتاسيوم فقط في الوسط الحامضي بسرعة إلى حامض الكروميك الأخضر في درجة الحرارة الاعتيادية مقدار التغير في عدد التأكسد هو (٦) وعليه فإن الوزن المكافئ للدايكرومات هو  $\frac{1}{6}$  من الوزن الجزيئي. وستستخدم دايكرومات البوتاسيوم لتعيين الحديدوز الذي يعاني من تأكسد إلى الحديديك. وتصبح المعادلة العامة للتأكسد والاختزال كالتالي:

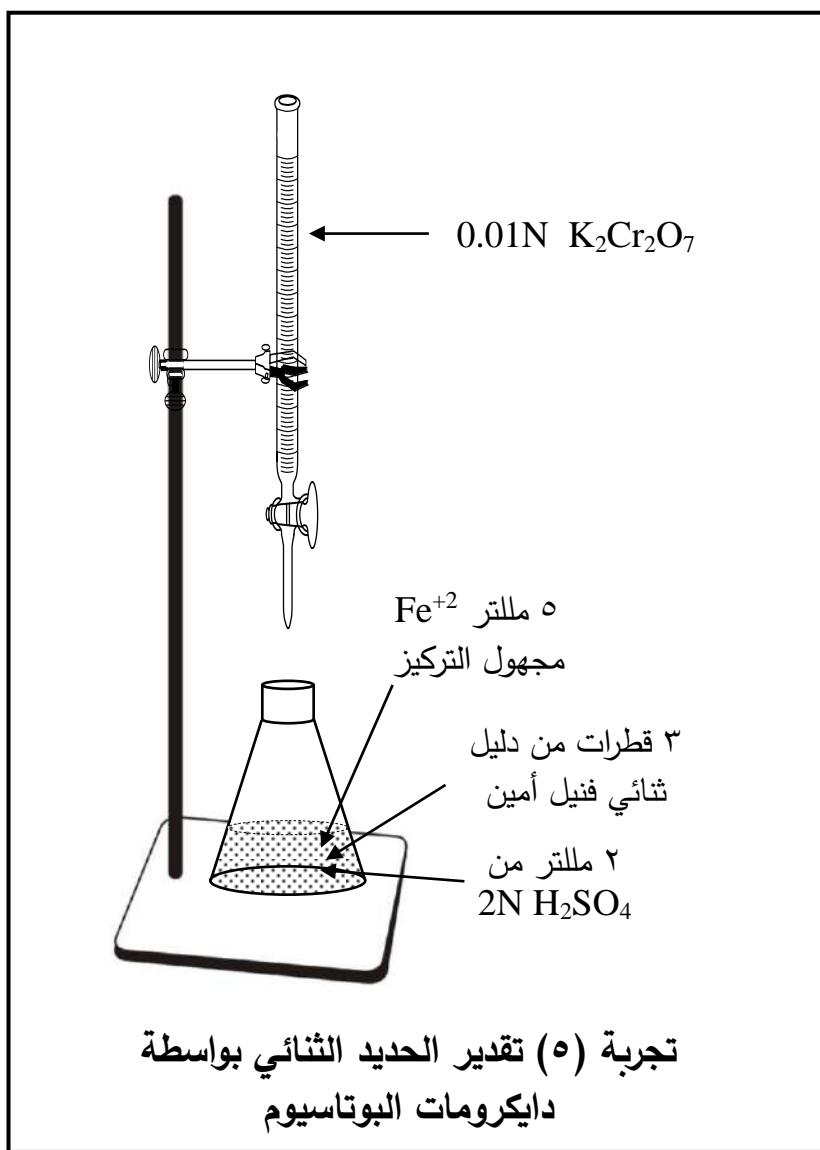


**طريقة العمل:**

- ١) حضر محلول مخفف من دايكرومات البوتاسيوم بتركيز (0.01N)، ثم املأ السحاحة بهذا المحلول.
- ٢) أسحب بواسطة ماصة (5) ملتر من محلول أيون الحديدوز (المجهول) ضعه في دورق مخروطي.
- ٣) أضف (5) قطرات من دليل شائي فنيل أمين، أضف (2) ملتر من محلول (2N) حامض الكبريتيك.
- ٤) سح المزيج مع محلول الدايكرومات حتى يصبح لون المحلول أزرق-بنفسجي والذي يثبت عند الـ.
- ٥) أعد عملية التسحيف مرتين أو ثلاثة مرات، ثم أحسب حجم الدايكرومات من السحاحة.
- ٦) جد العيارية لأيون الحديدوز باستخدام العلاقة الآتية:

$$\mathbf{N}_1 \times \mathbf{V}_1 = \mathbf{N}_2 \times \mathbf{V}_2$$

- ٧) ثم جد تركيز أيون الحديدوز بالـ ppm.



**أسئلة للمناقشة:**

- ما الفرق بين برمكبات ودايكرومات البوتاسيوم؟
- هل هناك مواد أخرى لها يمكن استخدامها في تسخين التأكسد والاختزال بدل برمكبات أو دايكرومات البوتاسيوم؟
- هل من الممكن استخدام عامل مختزل بدل العامل المؤكسد في هذه التجربة، وما هي العناصر التي يمكن تقديرها بها؟
- هل من الممكن تقدير مركبات كيميائية بتسخين التأكسد والاختزال؟

## الحاضرة الثامنة

### تسريحات تكوين المعقّدات

### Complexes Formation Titration

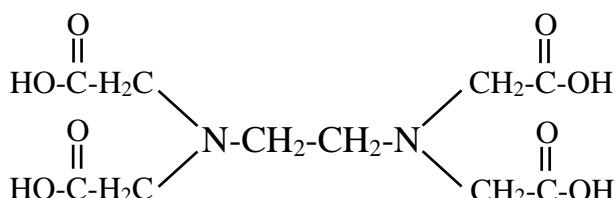
المعقدات: هي عبارة عن مركبات متعادلة الشحنة أو أيونية تتضمن تكوين أواصر تناسقية بين الفلز (حامض لويس يستقبل الالكترونات) والليكاند (قاعدة لويس واهبة للالكترونات) حيث يمتلك الليكاند ذرات فيها زوج أو أكثر من الالكترونات غير مشتركة بالتأثر، والليكاندات على أنواع:

- ١ - ليكاند أحادي السن مثل الامونيا.
- ٢ - ليكاند ثنائي السن مثل أثلين ثنائي الأمين.
- ٣ - ليكاند متعدد السن مثل EDTA أثلين ثنائي الأمين رباعي حامض الخلائق.

#### تجربة (٦) تقدير الكالسيوم في الطباشير باستخدام تسريحات تكوين المعقّدات

##### أساس التجربة:

إن لتسريحات تكوين المعقّدات استعمالات عديدة منها تقدير العديد من الايونات الموجبة السالبة. والغالبية المألوفة لمثل هذا النوع من التسريحات تستخدم EDTA كعامل مسح.



Ethylene Diamine Tetra Acetic acid (EDTA)

##### مميزات EDTA

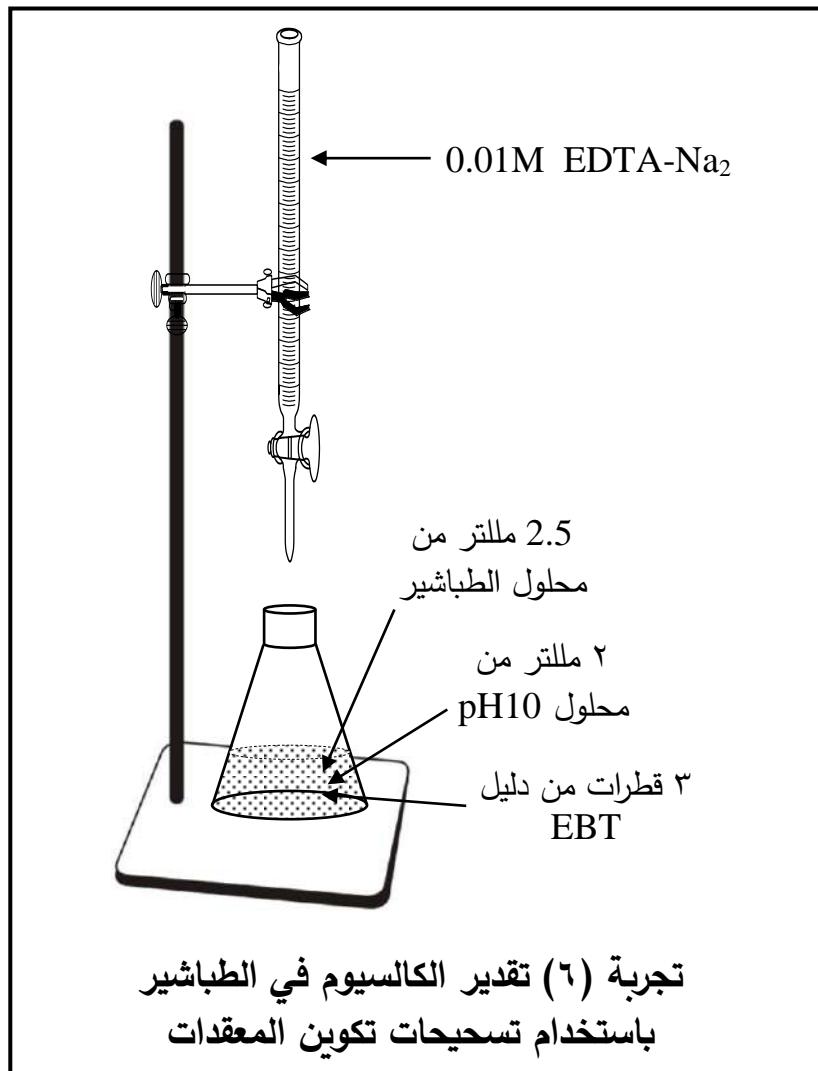
يكون هذا المركب بهيئة ثنائية الملح ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ ) يعتبر أهم ليكاند لسهولة ذوبانه ولتحلل المائي الضعيف ولكونه مادة ندية ويمكن ان يحتفظ بمحوله لفترة طويلة. كما ويعتبر أفضل عامل مسح في هذا النوع من التسريحات لتكوين معقدات فلزية ذاتية ومستقرة. ويعتبر تفاعله انتقائي عند تقدير العناصر كما ويمكن تحديد نقطة التكافؤ بشكل واضح باستخدام الدلائل الفلزية.

##### طريقة العمل:

- (١) زن (0.2) غرام من مادة كاربونات الكالسيوم (طباشير زيتى).
- (٢) أضف (5) مل ماء مقطر، ثم أضف (5) مل من حامض الهيدروكلوريك المركز.

- ٣) قم بالتسخين باستخدام الهيتر إلى أن يذوب النموذج.
- ٤) ضع النموذج في قنينة حجميه سعة (100) مل واكمد بالماء المقطر إلى حد العلامه.
- ٥) إسحب بواسطة ماصة (2.5) مل من محلول المحضر وضعه في دورق مخروطي.
- ٦) أضف اليه (٢) مل من محلول pH10 (المحضر من 132 غم من  $\text{NH}_4\text{Cl}$  و 57 مل من محلول الأمونيا  $\text{NH}_4\text{OH}$  المركز ويخفف بالماء المقطر إلى ١ لتر).
- ٧) أضف (٣) قطرات من دليل EBT (ايروكروم بلاك-T).
- ٨) سح مع (0.01) مولاري  $\text{EDTA-Na}_2$  إلى أن يتغير لون محلول إلى لون ازرق فاتح.
- ٩) أعد عملية التسحیح مرتین او ثلاث مرات.
- ١٠ جد النسبة المئوية لکاربونات الکالسيوم باستخدام العلاقة الآتية:

$$1 \text{ ml } 1 \text{ M EDTA} \equiv 40 \text{ mg } \text{Ca}^{+2}$$



أسئلة للمناقشة:

- لماذا يكون عد المكافئات واحد في التسحیحات التي تستخدم EDTA ؟
- ما سبب استقرارية المعقدات التي يكونها EDTA ؟

- ما سبب إضافة محلول (pH 10) وهل ضبط لا pH ضروري في عملية تكوين المعقدات؟
- بين طبيعة كل من الأواصر التناصقية، التساهمية والأيونية.
- هل يؤثر وجود أيون  $Mg^{+2}$  مع  $Ca^{+2}$  في محلول، وكيف يمكن تقدير كل أيون على انفراد؟

## الحاضرة التاسعة

### تجربة (٧) تقدير العسرة الكلية للمياه بأسخدام EDTA

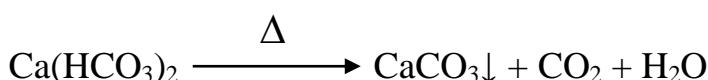
**أساس التجربة:**

لقد وجد أن بعض المياه الموجودة في الطبيعة لا يرغو فيها الصابون بسهولة مثل مياه البحار وبعض البحيرات والآبار وتسمى مثل هذه المياه بالمياه العسرة. وتعزى عسرة المياه إلى احتواء الماء على أملاح الكالسيوم والمغنيسيوم الذائبة في الماء، وتقسم عسرة المياه إلى نوعين:

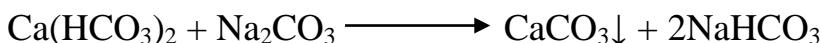
(١) العسرة المؤقتة      (٢) العسرة الدائمة

(١) العسرة المؤقتة: هي عبارة عن بيكاربونات الكالسيوم والمغنيسيوم الذائبة في الماء ويمكن إزالتها كما يأتي:

أ- طريقة التسخين: تتجزأ كarbonات الكالسيوم الهيدروجينية وكarbonات المغنيسيوم الهيدروجينية الذائبة في الماء بالتسخين إلى كarbonات الكالسيوم أو المغنيسيوم كما في المعادلة الآتية:



ب- إضافة كarbonات الصوديوم: تتفاعل كarbonات الصوديوم مع الأملاح المسبيبة للعسرة المؤقتة فتحولها إلى كarbonات غير ذائبة كما في المعادلة الآتية:



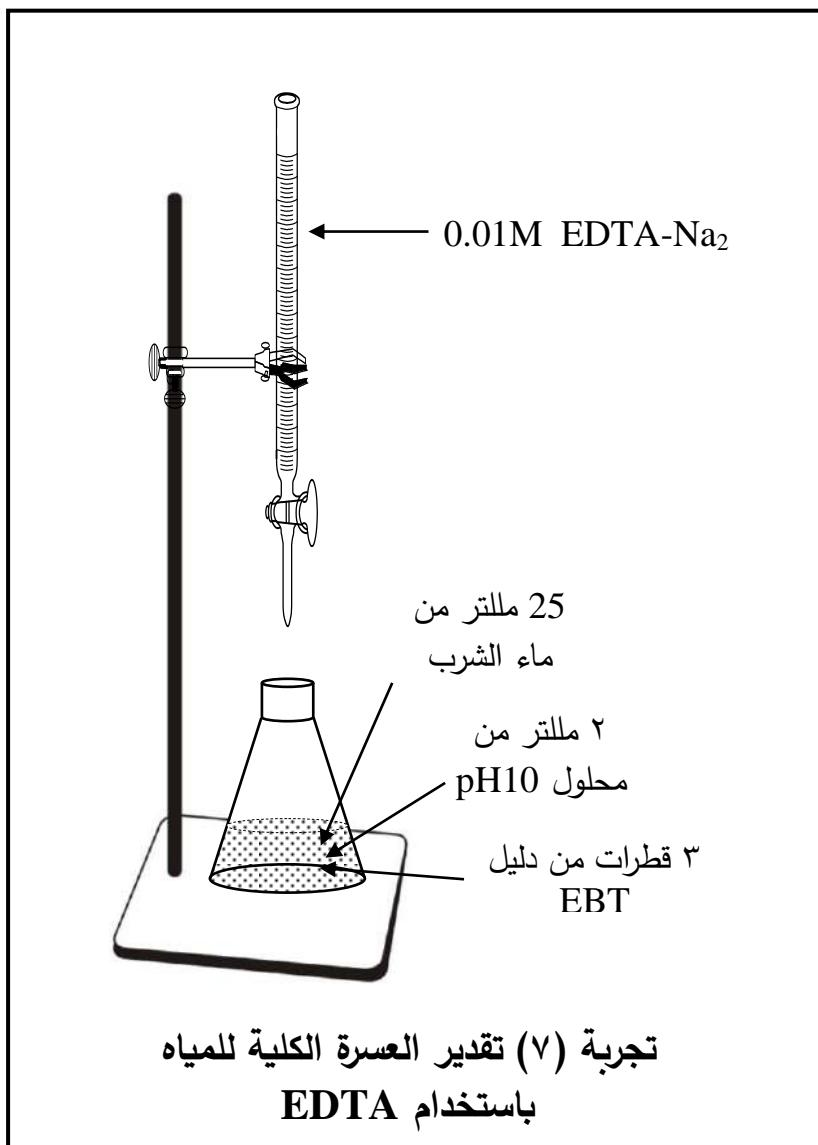
(٢) العسرة الدائمة: هي عبارة عن كلوريدات وكبريتات الكالسيوم أو المغنيسيوم التي لا تتجزأ بالحرارة لذلك سميت هذه بالعسرة الدائمة. ويمكن إزالتها بإضافة كarbonات الصوديوم التي تتفاعل مع الأملاح المسبيبة للعسرة الدائمة فتحولها إلى كarbonات غير ذائبة، كما في المعادلة الآتية:



**طريقة العمل:**

- ١) ضع (25) ملتر من ماء الشرب في دورق مخروطي باستخدام أسطوانة مدرجة.
- ٢) أضف (2) ملتر من محلول (pH10)، ثم أضف (3) قطرات من دليل EBT.
- ٣) سح مع محلول (0.01) مولاري EDTA إلى أن يتغير لون محلول إلى اللون الأزرق.
- ٤) جد تركيز كarbonات الكالسيوم بالـ ppm حسب العلاقة الآتية:

$$1 \text{ ml } 1 \text{ M EDTA} \equiv 100 \text{ mg CaCO}_3$$



#### أسئلة للمناقشة:

- ما هي مساوى دليل EBT ، وكيف يتم تلافيها، وهل هناك بديل له؟
- هل من الممكن تقدير أيونات فلزية باستخدام EDTA والتي لا يوجد لها دليل؟
- ما هي الفلزات التي يمكن تقديرها بواسطة EDTA ؟
- لماذا تقدر العسرة الكلية للمياه بدلالة كاربونات الكالسيوم مع تجاهل مركبات المغنيسيوم في المياه؟

## الحاضرة العاشرة

### Precipitation Titration التسخيات الترسيبية

هي التسخيات التي تتضمن تفاعلات تؤدي إلى تكوين راسب أو ملح قليل الذوبان من خلال استخدام عامل تسخيف وبوجود دلائل معينة وأفضل مثال استعمال نترات الفضة في تقدير الأيونات السالبة  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ . حيث أن نترات الفضة تعتبر مادة قياسية أولية إلا أنها تتأكسد بالضوء ولهذا تحفظ في قناني معتمة.

**طرائق التسخيف لتقدير الهايدرات بواسطة نترات الفضة:**

هناك ثلاث طرائق أساسية تستخدم لتسخيف الهايدرات مع الفضة تعتمد على استعمال ثلاثة أنواع مختلفة من الدلائل.

(١) التسخيف المباشر بين محلول الفضة كعامل مسحح والهايد باستخدام دليل يعطي راسباً ملوناً عند نقطة التكافؤ كما في طريقة مور Mohr's Method.

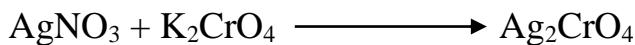
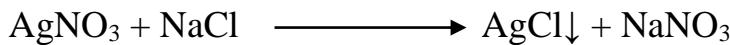
(٢) التسخيف غير المباشر (التسخيف الرجعي) Back Titration من خلال تفاعل زيادة من محلول الفضة مع الهايدرات داخل الدورق ثم تسخيف الزيادة من الفضة ضد محلول ثايوسيانيد البوتاسيوم كعامل مسحح باستخدام دليل يكون ملولاً ملوناً عند نقطة الانتهاء كما في طريقة فولهارد Volhard's Method.

(٣) تسخيف يستخدم نوعاً من الدلائل تسمى دلائل الإمتراز والتي تمتاز (لتتصق) على سطح الراسب المكون عند نقطة التكافؤ كدليل الفلورسين florescein في طريقة فاجان Fajan's Method.

#### تجربة (٨) تقدير الكلوريد بطريقة مور في ملح الطعام

**أساس التجربة:**

يستعمل محلول نترات الفضة القياسي لتسخيف محلول الكلوريد المتعادل ويستعمل كرومات البوتاسيوم كدليل. تستدل نقطة نهاية التفاعل من التغير في لون محلول والناتج عن تكوين كرومات الفضة ذات لون قهوي - محمر. كما وتفيد هذه الطريقة كذلك في حساب كمية البروميد والايوديد في محلالي متعادلة.



**طريقة العمل:**

(١) نزن باستخدام ميزان حساس (0.2) غرام من ملح الطعام.

٢) نذوب هذا الوزن في حجم (250) ملتر باستخدام قنينة حجميه سعة (250) ملتر باستخدام الماء المقطر.

٣) إملأ الساحة بمحلول (0.01) مولاري من نترات الفضة.

٤) إسحب بواسطة ماصة (5) ملتر من محلول كلوريد الصوديوم ونضعه في دورق مخروطي.

٥) أضف (3) قطرات من دليل كرومات البوتاسيوم نلاحظ تلون محلول باللون الأصفر.

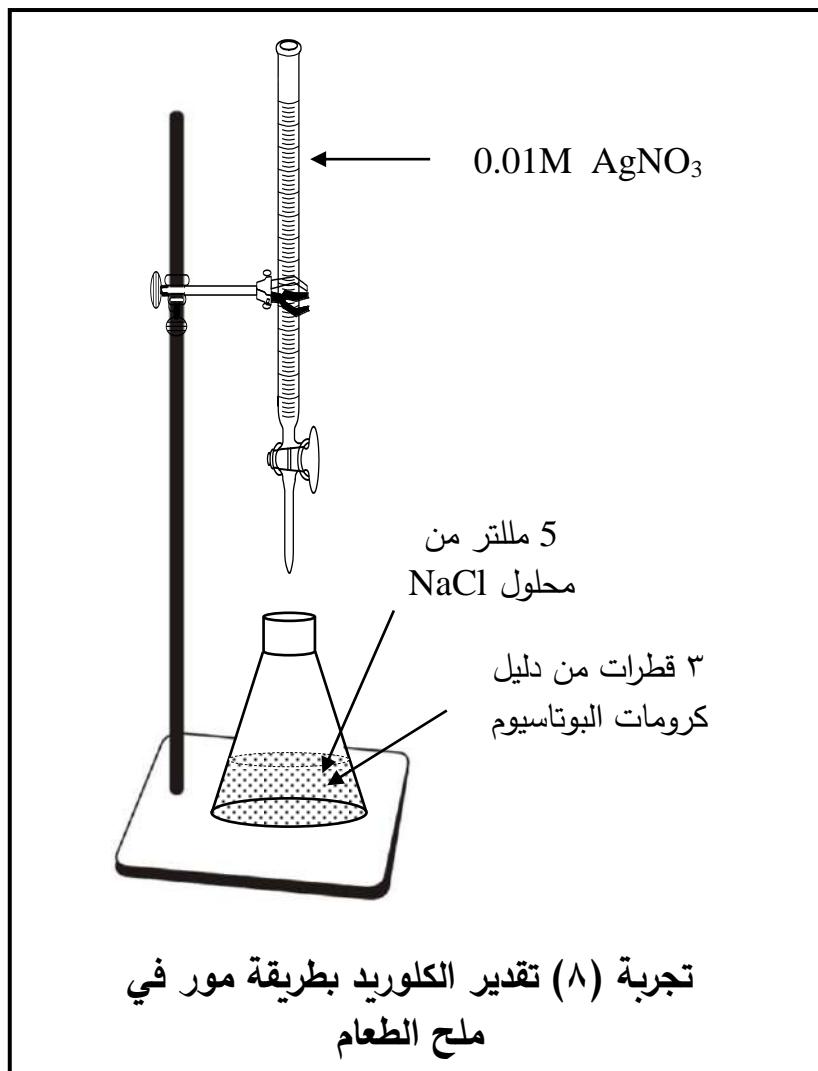
٦) سح مع نترات الفضة إلى أن يتكون راسب قهوي-محمري يدل على انتهاء التفاعل.

٧) إحسب حجم نترات الفضة من الساحة.

٨) أعد عملية التسخين مرتين أو ثلاثة مرات.

٩) جد النسبة المئوية لكلوريد الصوديوم باستخدام العلاقة الآتية:

$$1 \text{ ml } 1 \text{ M AgNO}_3 \equiv 35.5 \text{ mg Cl}^-$$



أسئلة للمناقشة:

▪ لماذا نحتاج إلى وسط متعادل في هذه التجربة؟ ووضح ذلك بالمعادلات.

▪ هل من الممكن معايرة نترات الفضة خاصة عند خزنها وتعرضها للضوء؟

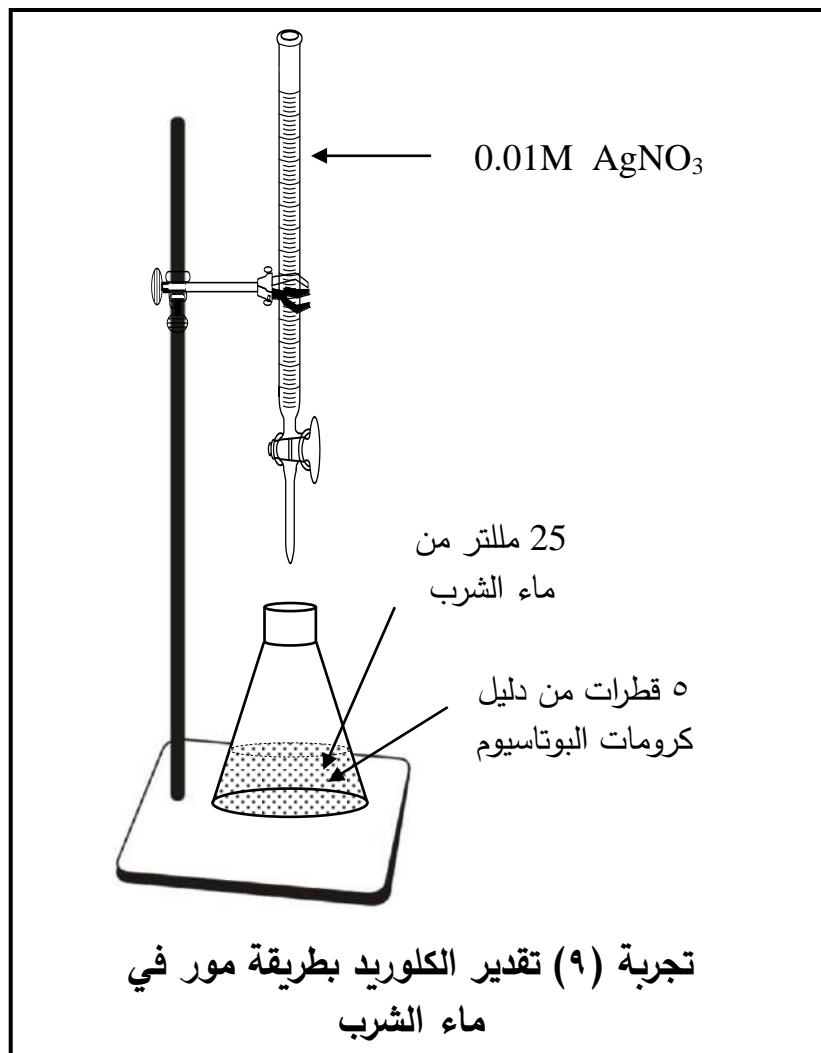
- هل من الممكن تقدير تركيز  $\text{HCl}$  بهذه الطريقة؟
- لماذا يتربّس  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  أولاً قبل  $\text{AgCl}$ ؟

## الحاضرة الحادية عشر

### تجربة (٩) تقدير الكلوريد بطريقة مور في ماء الشرب

طريقة العمل:

- ١) ضع (25) ملتر من ماء الشرب في دورق مخروطي باستخدام أسطوانة مدرجة.
- ٢) أضف (5) قطرات من دليل كرومات البوتاسيوم إلى أن يصبح لون محلول أصفر.
- ٣) سح حم مع محلول نترات الفضة إلى أن يصبح لون محلول قهوةي-محمر.
- ٤) أعد عملية التسخين مرتين أو ثلاثة مرات، واحسب معدل الحجم من السحاحة.
- ٥) إحسب تركيز الكلوريد في ماء الشرب بالـ ppm باستخدام العلاقة الآتية:



أسئلة للمناقشة:

- لماذا تمأخذ حجم كبير نسبياً من ماء الشرب في تقدير أيون الكلوريد؟

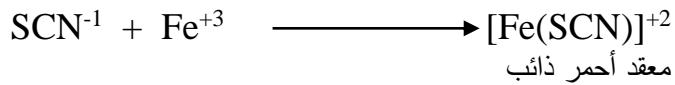
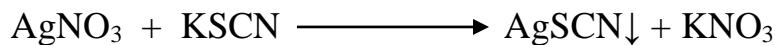
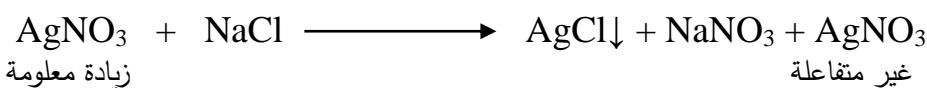
- ما هي كمية الكلوريد المقبولة في ماء الشرب، وهل النتيجة التي حصلت عليها ضمن المدى المقبول؟

## الحاضرة الثانية عشر

### تجربة (١٠) تقدير الكلوريد بطريقة فولهارد في ملح الطعام

**أساس التجربة:**

تعتبر هذه التجربة من التسخيحات غير المباشرة لتقدير الهايوجينات في الوسط الحامضي حيث تضاف زيادة من محلول نترات الفضة إلى الهايد في الدورق المخروطي ثم تسخح الزيادة من نترات الفضة ضد محلول قياسي من ثايوسيانيد البوتاسيوم كعامل مسح وعند نقطة الانتهاء ويتم تفاعل الثايوسيانيد مع أيون الحديديك كدليل ليعطي معقداً أحمر اللون ذائب.



أ) تستخدم هذه الطريقة لتقدير البروميد دون أي تداخل.

ب) عند تقدير الكلورايد يحدث تداخل نتيجة تفاعل ثايوسيانيد AgCl مع الراسب KSCN بعد ترسيب الزيادة من الفضة بهيئة AgSCN بدلاً من تفاعله مع الدليل لذا يجب عزل راسب AgCl بعد تكوينه إما بإحاطته بمادة نترو بنزين أو بترشيحه قبل اضافة KSCN من الساحة.

**طريقة العمل:**

١) زن (0.1) غرام من ملح الطعام باستخدام ميزان حساس ثم إذابة هذا النموذج في قنينة حجميه سعة (100) ملتر.

٢) إسحب بأسعمال الماصة (10) ملتر من محلول الكلوريد وضعه في بيكر.

٣) أضف (2) ملتر من محلول (6N HNO<sub>3</sub>) أي بنسبة (1:1)، ثم أضف (20) ملتر من محلول (0.01) مولاري من نترات الفضة القياسي بحيث تضمن الزيادة.

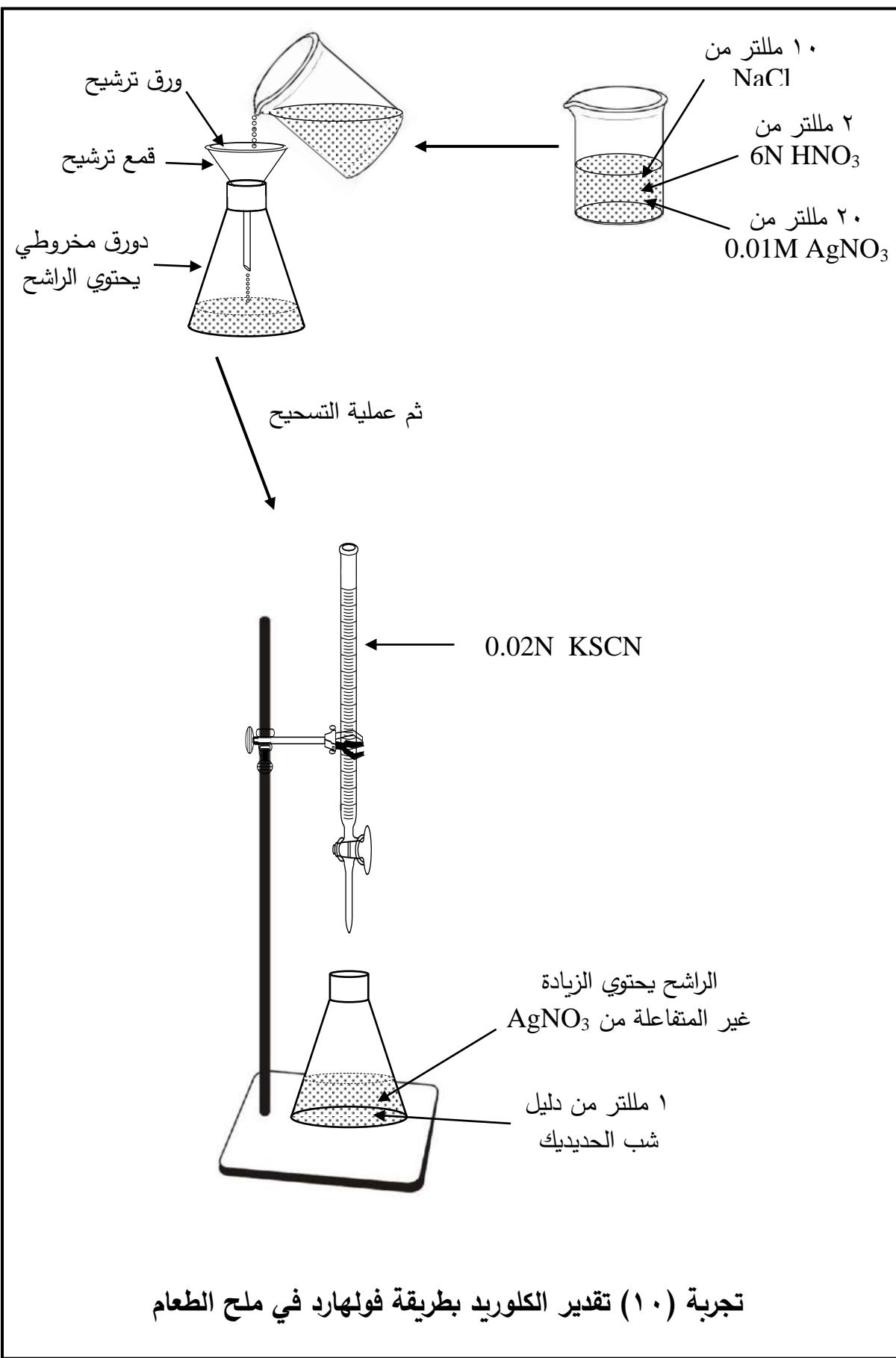
٤) رشح محلول في دورق مخروطي لعزل الراسب عن الزيادة غير المقاعدة من نترات الفضة.

٥) أضف (1) ملتر من محلول شب الحديديك كدليل إلى الراشح في الدورق المخروطي.

٦) سخح الزيادة من الفضة ضد محلول (0.02) مولاري من ثايوسيانيد البوتاسيوم كعامل مسح إلى أن يتلون محلول باللون القهوي\_المحمر.

٧) أعد عملية التسخح مرتين أو ثلاث مرات، ثم احسب الحجم من الساحة.

أحسب النسبة المئوية لكلوريد الصوديوم باستخدام العلاقة  $1 \text{ ml } 1 \text{ M AgNO}_3 \equiv 35.4 \text{ mg Cl}^-$



أسئلة للمناقشة:

- ما الفرق بين طرفيتي مور وفولهارد في تقدير أيون الكلوريد؟
- لماذا لا يحدث تداخل عند تقدير البروميد بهذه الطريقة، بينما عند تقدير الكلوريد يحدث تداخل؟ فسر ذلك بتوسيع ذوبانية المواد المترسبة.
- أي نوع من الدلائل الدليل المستخدم في هذه التجربة؟

## المحاضرة الثالثة عشر

### أسئلة حسابية:

س ١) كم غرام تحتاج من ملح (KBr) لتحضير (0.5 M) وحجم (0.5) لتر، بإستخدام الماء المقطر كمذيب؟

س ٢) إذا علمت أن كل (10) مل من محلول (NaOH) مجهول العيارية يعادل عند نقطة الإنتهاء (20) مل من محلول HCl ذي التركيز (0.1 N)، فكم هو تركيز (NaOH) بـ ppm ؟

س ٣) تم تسخين (25) مل لتر من ماء الشرب مع محلول نترات الفضة (0.01 M)، فكان معدل حجم النترات من السحاحة عند تغير لون محلول (3) مل لتر، إحسب تركيز أيون الكلوريد في ماء الشرب بـ .ppm.

س ٤) تم سحب (5) مل لتر من محلول NaCl وسخن مع محلول 0.01 M AgNO<sub>3</sub> (حسب طريقة مور) فكان حجم النترات من السحاحة (3.6) مل لتر. ثم سُحب (5) مل لتر آخر من نفس محلول NaCl وأضيف له 10 مل لتر من 0.02 M AgNO<sub>3</sub> ثم سُحت الزيادة من النترات مع محلول 0.02 M KSCN (حسب طريقة فولهارد) فكان حجم الثايوسيانيد من السحاحة (8.2) مل لتر، أثبتت أن النسبة المئوية لـ NaCl هي نفسها في الطريقتين، (علمًا أن الكل هو 100 ملغرام NaCl في 250 مل لتر).

س ٥) تم تسخين (25) مل لتر من ماء الشرب مع محلول (0.01 M) EDTA، فكان معدل حجم من السحاحة عند تغير لون محلول (5) مل لتر، فكم هو تركيز العسرة الكلية (CaCO<sub>3</sub>) في ماء الشرب بـ ? ppm

س ٦) كم هو الوزن المطلوب من مادة NaCl اللازمة لتحضير 0.2 مولاري منها في حجم ربع لتر؟

س ٧) محلول مركز من حامض الكبريتيك ذي كثافة 1.8 غرام/ لتر، والنسبة المئوية 98%، حضر منه محلول حجمه 250 مل لتر وتركيز 2 عياري.

س ٨) إذا علمت أن كل 10 مل من أيون الحديدوز تعادل عند نقطة النهاية 20 مل من برمكبات البوتاسيوم القياسي تركيزه 0.01N جد تركيز الحديد بوحدة لا . ppm

س ٩) حضر 0.3 عياري من محلول برمكبات البوتاسيوم بحجم 500 مل ووسط حامضي.

س ١٠) عند تسخين HCl عياريته 0.1 مع 10 مل لتر من خليط مكون من هيدروكسيد وكربونات الصوديوم وجد أن: حجم HCl يساوي 20 مل عند نقطة النهاية باستخدام دليل M.O، بينما كان حجم الحامض 15 مل عند نقطة النهاية باستخدام دليل ph.ph ، جد التركيز العياري لكل من NaOH و Na<sub>2</sub>OH ، ثم بالغرام/ لتر، ثم بالـ . ppm

س ١١) تم إضافة 20 مل من محلول نترات الفضة (0.1 M) إلى 10 مل من محلول مجهول لكلوريد الصوديوم، ثم سُحت الزيادة من النترات بعد الترشيح مع محلول (0.2 M) ثايوسيانات البوتاسيوم فكان حجمها 5 مل عند نقطة النهاية، جد تركيز أيون الكلوريد بالـ . ppm

س ١٢) حضر محلولاً من دايكرومات البوتاسيوم بتركيز 0.1 عياري وحجم نصف لتر.